

# SNI

Standar Nasional Indonesia

---

SNI 2809:2014

Pupuk kalium sulfat



ICS 65.080

Badan Standardisasi Nasional





© BSN 2014

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

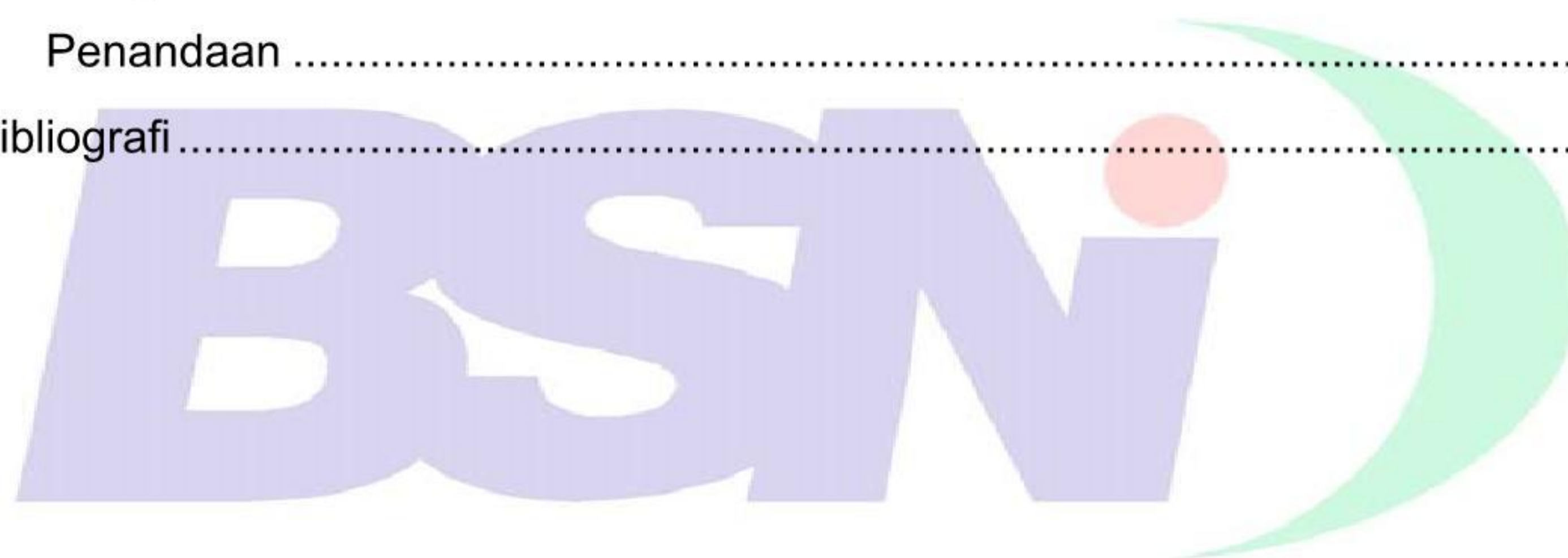
BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

|                              |    |
|------------------------------|----|
| Daftar isi.....              | i  |
| Prakata .....                | ii |
| 1 Ruang lingkup.....         | 1  |
| 2 Acuan normatif.....        | 1  |
| 3 Istilah dan definisi ..... | 1  |
| 4 Syarat mutu .....          | 1  |
| 5 Pengambilan contoh .....   | 1  |
| 6 Cara uji .....             | 2  |
| 7 Syarat lulus uji .....     | 18 |
| 8 Pengemasan.....            | 18 |
| 9 Penandaan .....            | 18 |
| Bibliografi .....            | 19 |





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pupuk kalium sulfat* merupakan revisi dari SNI 02-2809-2005 *Pupuk kalium sulfat*.

Standar ini direvisi pada syarat mutu dengan penambahan parameter uji yang mengacu pada Peraturan Menteri Pertanian yang mengatur mengenai batas maksimal logam berat yang ada dalam pupuk. Tujuan revisi standar ini adalah:

- a. Melindungi produsen dan konsumen dalam negeri;
- b. Adanya jaminan kualitas produk bagi industri pengguna;
- c. Adanya acuan standar produk bagi produsen dalam memproduksi pupuk kalium sulfat, dengan memperhatikan kemampuan industri dalam negeri maupun ketentuan internasional.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 71-01, Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup panitia teknis di Jakarta pada tanggal 4 Desember 2012. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 4 Februari 2013 sampai dengan dengan 4 April 2013 dan disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.





## Pupuk kalium sulfat

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji pupuk kalium sulfat.

### 2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penggunaan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi tersebut yang digunakan. Untuk acuan tidak bertanggal, acuan dengan edisi terakhir yang digunakan (termasuk semua amandemennya)

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*

### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1

##### pupuk kalium sulfat

pupuk buatan berbentuk butiran atau serbuk dengan rumus kimia  $K_2SO_4$ , digunakan sebagai sumber hara kalium dan belerang yang juga disebut sebagai pupuk ZK (*Zwavelzuur Kalium*).

### 4 Syarat mutu

Tabel 1 - Syarat mutu

| No | Parameter uji                             | Satuan | Persyaratan |
|----|---|--------|-------------|
| 1  | Kalium sebagai kalium oksida $K_2O$ (b/b) | %      | Min. 50     |
| 2  | Kadar belerang (S) (b/b)                  | %      | Min. 17     |
| 3  | Asam bebas sebagai $H_2SO_4$ (b/b)        | %      | Maks. 2,5   |
| 4  | Klorida (Cl) (b/b)                        | %      | Maks. 2     |
| 5  | Kadar air ( $H_2O$ ) (b/b)                | %      | Maks. 1     |
| 6  | Timbal (Pb)                               | mg/kg  | Maks. 500   |
| 7  | Arsen (As)                                | mg/kg  | Maks. 100   |
| 8  | Kadmium (Cd)                              | mg/kg  | Maks. 100   |
| 9  | Merkuri (Hg)                              | mg/kg  | Maks. 10.   |

### 5 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.



## 6 Cara uji

### 6.1 Penyiapan contoh uji

Haluskan contoh uji minimal 225 g sampai lolos ayakan US Mesh No. 20 (untuk pupuk campuran atau bahan pupuk yang mudah menyerap air/lembab) atau lolos ayakan US Mesh No. 40 (untuk pupuk campuran atau bahan pupuk yang tidak mudah menyerap air/mudah diayak/kering).

### 6.2 Kalium sebagai kalium oksida ( $K_2O$ )

#### 6.2.1 Metode gravimetri

##### 6.2.1.1 Prinsip

Kadar  $K_2O$  ditetapkan dengan cara gravimetri. Kalium direaksikan dengan sodium tetrafenilborat ( $NaB(C_6H_5)_4$ ) membentuk endapan kalium tetrafenilborat ( $KB(C_6H_5)_4$ ).

##### 6.2.1.2 Peralatan

- Labu takar 1 000 mL;
- Gelas piala ukuran 250 mL dan 600 mL;
- Gelas penyaring dengan porositas  $5\ \mu m$  sampai  $20\ \mu m$ ;
- Oven yang diatur pada suhu  $(120 \pm 10)\ ^\circ C$ ;
- Desikator;
- Penangas air;
- Neraca analitik.

##### 6.2.1.3 Pereaksi

- Air suling atau air bebas mineral (*demineralized water*);
- Formaldehid 25 % - 30 %;
- Kalium klorida p.a;
- Larutan NaOH, 10 mol/L;  
Gunakan NaOH bebas kalium.
- Indikator fenolftalin (5 g/L);  
Larutkan 0,5 gram fenolftalin dalam etanol 90 %, encerkan sampai 100 mL.
- Larutan EDTA;  
Larutkan 4 g *disodium ethylenediamine tetra-acetate dihydrate* dengan air suling encerkan sampai 100 mL dalam labu takar. Simpan dalam botol plastik.
- Larutan STPB;  
- Larutkan 32,5 gram sodium tetrafenilborat dalam 480 mL air suling;  
- Tambahkan 2 mL larutan NaOH 10 mol/L dan 20 mL larutan magnesium klorida ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ) 100 g/L. Aduk selama 15 menit dan saring menggunakan kertas saring halus bebas abu; simpan dalam botol plastik.
- Larutan untuk pencuci;



Encerkan 20 mL larutan STPB sampai 1 000 mL dengan air suling.

- i. Air bromin.  
Air suling dijenuhkan dengan bromin.

#### 6.2.1.4 Cara kerja

- a. Timbang sebanyak 5 g contoh uji; tambahkan 400 mL air suling dalam gelas piala 600 mL;
- b. Didihkan selama 30 menit; dinginkan, encerkan dalam labu takar 1 000 mL dengan air suling hingga tepat. Campur dan saring ke dalam wadah yang kering. Buang 50 mL filtrat yang pertama;
- c. Pipet 50 mL filtrat larutan dari 6.2.1.4 (b) ke dalam labu takar 250 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda batas;
- d. Pipet 50 ml larutan dari 6.2.1.4 (c) ke dalam gelas piala 250 mL.
- e. Tambahkan 10 mL larutan EDTA 40 g/L dan beberapa tetes indikator fenolftalin 5 g/L;
- f. Tambahkan tetes demi tetes larutan NaOH 10 mol/L sampai berwarna merah muda yang tetap; dan terakhir tambahkan beberapa tetes larutan NaOH 10 mol/L untuk memastikan kelebihan (biasanya 1 mL larutan NaOH);
- g. Untuk menghilangkan amonia, didihkan selama 15 menit. Jika diperlukan, tambahkan air suling agar larutan tetap terjaga lebih dari 60 mL. Teruskan pemanasan sampai mendidih (jika ammonia sedikit atau tidak ada maka tidak perlu dididihkan 15 menit);
- h. Keluarkan gelas piala dari pemanas, Tambahkan 10 mL formaldehid dan beberapa tetes indikator fenolftalin, dan jika diperlukan tambahkan beberapa tetes NaOH 10 mol/L sampai warna merah tidak hilang;
- i. Letakkan di penangas air (*steam bath*) selama 15 menit;
- j. Keluarkan larutan dari penangas air;
- k. Tambahkan 10 mL larutan STPB tetes demi tetes sambil diaduk selama 2 menit;
- l. Biarkan larutan selama 10 menit;
- m. Saring larutan menggunakan gelas penyaring yang sudah diketahui beratnya menggunakan pompa vakum;
- n. Cuci endapan untuk menghilangkan pengotor dengan larutan pencuci sebanyak 3 kali (jumlah larutan pencuci yang digunakan semuanya 60 mL) dan 2 kali menggunakan 5-10 mL air suling;
- o. Keringkan dalam oven dengan suhu 120 °C selama 1,5 jam;
- p. Dinginkan dalam desikator, timbang hingga berat tetap.



### 6.2.1.5 Perhitungan

Kalium sebagai kalium oksida ( $K_2O$ ), % =  $\frac{m_1 \times fp \times 13,14}{m_0}$

**Keterangan:**

$m_0$  adalah berat contoh, g

$m_1$  adalah berat residu, g

$fp$  adalah faktor pengenceran =  $(1\ 000/50) \times (250/50) = 100$

13,14 adalah  $\frac{BM\ K_2O \times 100}{2BM\ KB(C_6H_5)_4}$

### 6.2.2 Metode volumetri

#### 6.2.2.1 Prinsip

Kadar  $K_2O$  ditetapkan dengan cara volumetri. Kalium direaksikan dengan sodium tetrafenilborat ( $NaB(C_6H_5)_4$ ) membentuk endapan kalium tetrafenilborat ( $KB(C_6H_5)_4$ ) dan kelebihan dititrasi dengan larutan benzalkonium klorida.

#### 6.2.2.2 Peralatan

- Neraca analitik;
- Labu takar 250 mL;
- Labu takar 1 000 mL;
- Erlenmeyer 125 mL;
- Buret semimikro 10 mL.

#### 6.2.2.3 Pereaksi dan standardisasi

##### 6.2.2.3.1 Pereaksi

- Larutan formaldehid 37 %;
- Larutan natrium hidroksida 20 %. Larutkan 20 g NaOH dalam 100 mL air suling;
- Larutan sodium tetrafenilborat (STPB), konsentrasi larutan sekitar 1,2 %;
  - Larutkan 12 g sodium tetrafenilborat ( $NaB(C_6H_5)_4$ ) dalam 800 mL air suling;
  - Tambahkan 20 - 25 g  $Al(OH)_3$ , aduk selama 5 menit, dan saring (memakai kertas Whatman No. 42 atau yang setara) ke dalam labu takar 1 L;
  - Cuci gelas piala dengan air suling dan tambahkan ke saringan;
  - Gabungkan seluruh filtrat, tambahkan 2 mL larutan NaOH 20 % (b/v), encerkan dengan air suling hingga tanda batas (tera), dan campurkan hingga merata;
  - Biarkan selama 48 jam dan lakukan standardisasi;
  - Atur larutan sehingga 1 mL STPB = 1 %  $K_2O$ . Simpan pada suhu ruang.
- Larutan benzalkonium klorida (BAC). Konsentrasi larutan sekitar 0,625 %;



Encerkan 38 mL benzalkonium klorida 17 % (tersedia untuk farmasi) hingga 1 L dengan air suling, homogenkan dan lakukan standardiasi. Setiltrimetilamonium bromida (*cetyltrimethylammonium bromide*) dapat disubstitusi dengan zefiran klorida (*zephiran chloride*). Jika konsentrasi larutan yang ada berbeda, atur volume pemakaian.

- e. *Clayton yellow* (*Titan yellow*; indeks warna No. 19540) 0,04 %.  
Larutkan 40 mg dalam 100 mL air suling.

#### 6.2.2.3.2 Standardisasi larutan

- a. Larutan benzalkonium klorida (BAC);
- Ke dalam 1,00 mL larutan STPB dalam 125 mL erlenmeyer, tambahkan: 20 - 25 mL H<sub>2</sub>O; 1 mL NaOH 20 %; 2,5 mL HCHO; 1,5 mL (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (b/v) dan 6 - 8 tetes indikator *clayton yellow*;
  - Titrasi dengan larutan BAC hingga titik akhir berwarna merah muda, gunakan buret semimikro 10 mL. Atur larutan BAC sehingga 2,00 mL = 1,00 mL larutan STPB.
- b. Larutan sodium tetrafenilboron
- Larutkan 2,500 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> menggunakan H<sub>2</sub>O dalam labu takar 250 mL;
  - Tambahkan 50 mL larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 4 %, encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan campurkan (larutan A);
  - Pindahkan 15 mL larutan A (51,92 mg K<sub>2</sub>O atau 43,10 mg K) ke labu takar 100 mL; tambahkan 2 mL larutan NaOH 20 % (b/v), 5 mL HCHO, dan 43 mL larutan STPB;
  - Encerkan hingga tanda batas (tera) dengan air suling, homogenkan, biarkan 5 - 10 menit, dan saring memakai kertas saring kering (larutan B);
  - Pindahkan 50 mL larutan B ke dalam erlenmeyer 125 mL, tambahkan 6 - 8 tetes indikator *clayton yellow*, titrasi kelebihan pereaksi dengan larutan BAC. Hitung titar sebagai berikut:

$$F = \frac{34,61}{(43 \text{ mL} - \text{mL BAC})} = \% \text{ K}_2\text{O/mL pereaksi STPB}$$

Faktor F berlaku untuk semua pupuk jika sampel uji sebanyak 2,5 g diencerkan menjadi 250 mL dan sebanyak 15 mL larutannya diambil untuk analisis.

Jika hasilnya dinyatakan sebagai K sebagai pengganti K<sub>2</sub>O, faktor pengalinya diganti menjadi 28,73 sebagai pengganti 34,61.

#### 6.2.2.4 Cara kerja

- a. Timbang sebanyak 2,5 g contoh uji (1,25 g jika K<sub>2</sub>O > 50 %) dalam 250 mL labu takar;
- b. Tambahkan 50 mL ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 4 % dan 125 mL air suling, dan didihkan selama 30 menit; (jika mengandung bahan organik, tambahkan 2 g karbon bebas kalium sebelum dididihkan)
- c. Dinginkan dan encerkan dengan air suling hingga tepat tanda batas (tera), campurkan dan saring dengan saringan kering atau biarkan hingga jernih (larutan A);
- d. Pipet 15 mL larutan A ke dalam labu takar 100 mL dan tambahkan 2 mL NaOH 20 % (b/v) dan 5 mL HCHO;
- e. Tambahkan 1 mL larutan standar STPB untuk setiap 1 % K<sub>2</sub>O yang diharapkan dan tambahkan 8 mL berlebih untuk menjamin pengendapan sempurna;
- f. Encerkan dengan air suling hingga tanda batas (tera), campur hingga merata, biarkan 5 - 10 menit, dan saring menggunakan kertas saring kering *grade 1* atau setara dengan 12 µm (larutan B);



- g. Pindahkan 50 mL larutan B ke dalam erlenmeyer 125 mL, tambahkan 6 - 8 tetes indikator *clayton yellow*, dan titrasi kelebihan pereaksi dengan larutan BAC.

#### 6.2.2.5 Perhitungan

Kalium sebagai kalium oksida ( $K_2O$ ), % =  $(\text{mL STPB yang ditambahkan} - \text{mL BAC}) \times F$

#### Keterangan:

F adalah %  $K_2O$ /mL pereaksi STPB (kalikan dengan 2 jika contoh uji yang digunakan 1,25 g)

### 6.2.3 Metoda *flame photometric* atau spektrofotometri serapan atom (SSA)

#### 6.2.3.1 Prinsip

Penetapan kalium terlarut secara *flame photometric* atau spektrofotometri serapan atom (SSA).

#### 6.2.3.2 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) atau *flame photometer*;
- Hollow Cathode Lamp* (lampu katoda cekung) kalium;
- Neraca analitik;
- Pemanas listrik;
- Labu takar 250 mL.

#### 6.2.3.3 Pereaksi

- Larutan ammonium oksalat;  
Larutkan 40 g  $(NH_4)_2C_2O_4$  dalam 1 L air suling.
- Larutan ammonium sitrat (harus memiliki SG 1,09 pada 20 °C dan pH 7,0);
  - Larutkan 370 g kristal asam sitrat dalam 1,5 L air suling;
  - Netralkan dengan menambahkan 345 ml  $NH_4OH$  (28 - 29 %  $NH_3$ ) (bila  $\leq 28$  %  $NH_3$  maka sesuaikan volumenya dan volume air sulingnya dikurangi sesuai selisih volume  $NH_4OH$ );
  - Dinginkan larutan dan ukur pH. Tambahkan  $NH_4OH$  (1 + 7) atau asam sitrat sampai pH 7;
  - Encerkkan larutan dengan air suling sampai SG 1,09 pada suhu 20 °C (volume akan menjadi sekitar 2 L);
  - Simpan dalam botol tertutup, dan cek secara berkala, bila berubah dari pH 7 maka sesuaikan ulang.
- Larutan litium nitrat;
  - Larutkan 1,642 g  $La_2O_3$  dalam 30 ml  $HNO_3$ ;
  - Tambahkan 0,993 5 g litium nitrat ( $LiNO_3$ ) kering (telah dipanaskan pada 105 °C selama 2 jam) dan 1 mL *Brij 35*, encerkan dengan air suling sampai 1 L.
- Larutan pencuci.
  - Encerkkan 1 mL *Brij 35* sampai 1 L dengan air suling.
- Larutan standar kalium 1 mg  $K_2O$ /mL:  
Larutkan 2,889 g kalium hidrogen pospat ( $KH_2PO_4$ ) kering (telah dipanaskan pada 105 °C selama 2 jam) dengan air suling dan encerkan hingga 1 L, buat deret standar sesuai



kebutuhan dari larutan standar kalium 1 mg  $K_2O/mL$  dengan menambahkan 0,2 g  $(NH_4)_2C_2O_4$  pada setiap 500 mL deret larutan standar ini.

#### 6.2.3.4 Cara kerja

- Timbang teliti sekitar 1 g contoh uji halus dari penyiapan contoh uji 6.1 dan masukkan dalam gelas piala 200 mL;
- Tambahkan 50 mL larutan  $(NH_4)_2C_2O_4$  4 % dan 125 mL air suling, aduk sampai larut;
- Didihkan selama 30 menit, kemudian dinginkan dan masukkan ke dalam labu takar 500 mL, tambahkan air suling hingga tanda batas (tera), homogenkan;
- Saring atau biarkan sampai jernih (larutan A);
- Pipet larutan contoh sesuai kebutuhan, sesuai Tabel 2;

**Tabel 2 – Pengenceran pengujian  $K_2O$**

| Perkiraan $K_2O$ , % | Larutan A, mL           |
|----------------------|-------------------------|
| < 2                  | 250 (tanpa pengenceran) |
| 2 – 6,49             | 100                     |
| 6,50 – 19,99         | 30                      |
| ≥ 20                 | 10                      |

dan encerkan dengan air suling sampai tanda tera dalam labu takar 250 mL

- Ukur konsentrasi kalium dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) atau dengan *flame photometer*.

#### 6.2.3.5 Perhitungan

$$\text{Kalium sebagai kalium oksida } (K_2O), \% = \frac{C \times fp}{m_o} \times 100 \%$$

##### Keterangan:

- C adalah mg  $K_2O$  dari pembacaan kurva standar  
 fp adalah faktor pengenceran  
 $m_o$  adalah berat contoh uji, mg

### 6.3 Kadar belerang (S)

#### 6.3.1 Prinsip

Kadar belerang ditetapkan dengan cara gravimetri. Belerang sebagai ion sulfat diendapkan oleh barium klorida ( $BaCl_2$ ) dalam asam klorida (HCl) encer membentuk barium sulfat ( $BaSO_4$ ) dikeringkan dan ditimbang.



### 6.3.2 Peralatan

- Neraca analitik;
- Tanur;
- Oven;
- Cawan platina/cawan porselen;
- Penangas air.

### 6.3.3 Pereaksi

- Larutan HCl 6 N;  
Campurkan HCl pekat p.a dengan air suling sampai diperoleh HCL 6 N, homogenkan.
- Larutan BaCl<sub>2</sub> 10 %.

### 6.3.4 Cara kerja

- Timbang (0,5 - 0,8) g contoh uji dari 6.1 (yang mengandung (100 – 150) mg belerang);
- Larutkan dengan 200 mL air suling dalam gelas piala 400 mL;
- Tambahkan 15 mL HCl 6 N;
- Panaskan sampai mendidih dan biarkan mendidih selama 10 menit;
- Saring dengan kertas saring dan cuci dengan air panas, tampung filtrat dalam gelas piala;
- Tambahkan sekitar 15 mL larutan BaCl<sub>2</sub> 10 % secara perlahan sambil diaduk;
- Panaskan (*digest*) di atas penangas air suhu 70°C (larutan tidak mendidih) selama 1 jam;
- Biarkan dalam suhu kamar selama semalam;
- Saring dengan cawan *gooch* yang diketahui beratnya (telah dikeringkan pada suhu 250 °C), cuci dengan 10 bagian air suling panas (sampai bebas klorida);
- Keringkan pada suhu 250 °C selama satu jam;
- Dinginkan sampai suhu kamar dan timbang.

### 6.3.5 Perhitungan

$$\text{Kadar belerang (S), \%} = \frac{m_1 \times 13,74}{m_0}$$

#### Keterangan:

- $m_0$  adalah berat contoh, g  
 $m_1$  adalah berat residu, g  
 13,74 adalah  $\frac{BA S \times 100}{BM BaSO_4}$



## 6.4 Asam bebas sebagai $\text{H}_2\text{SO}_4$

### 6.4.1 Prinsip

Asam bebas sebagai asam sulfat dititrasi dengan larutan NaOH.

### 6.4.2 Peralatan

- Neraca analitik;
- Buret 50 mL.

### 6.4.3 Pereaksi

- Larutan sodium hidroksida (NaOH) 0,1 N;
- Larutan indikator *methyl purple* 10 % atau indikator lain yang memiliki interval pH (5,2 – 5,6).

### 6.4.4 Cara kerja

- Timbang kurang lebih 100 g contoh uji dari 6.1 dan larutkan dengan 500 mL air suling, jika keruh, saring dan tampung filtrat dalam labu takar 1 000 mL encerkan sampai tanda batas (tera) dengan air suling;
- Pipet 25 mL larutan pada 6.4.4 (a) ke dalam erlenmeyer, tambahkan 3 - 5 tetes indikator dan titrasi dengan NaOH 0,1 N sampai terjadi perubahan warna.

### 6.4.5 Perhitungan

$$\text{Kadar } \text{H}_2\text{SO}_4 (\%) = \frac{V \times fp \times N \times 0,049 \times 100}{m_0}$$

#### Keterangan:

- V adalah volume larutan NaOH, mL  
 fp adalah faktor pengenceran  
 N adalah normalitas larutan NaOH  
 $m_0$  adalah berat contoh, g  
 0,049 adalah berat setara asam sulfat/1 000

## 6.5 Klorida (Cl)

### 6.5.1 Prinsip

Klorida dalam suasana netral direaksikan dengan perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) membentuk perak klorida ( $\text{AgCl}$ ).



### 6.5.2 Peralatan

- a. Neraca analitik;
- b. Buret coklat 50 mL.

### 6.5.3 Pereaksi

- a. Larutan standar perak nitrat;
  - Larutkan 5 g  $\text{AgNO}_3$  p.a. dalam air suling dan encerkan sampai 1 L dalam labu takar;
  - Standarkan terhadap NaCl.
- b. Larutan kalium kromat 5 %.

### 6.5.4 Cara kerja

- a. Timbang 2,5 g contoh uji sesuai 6.1 dan tempatkan di atas kertas saring. Larutkan dan cuci dengan air mendidih, tampung filtrat dalam labu takar 250 mL, dinginkan dan encerkan dengan air suling hingga tanda batas (tera), homogenkan;
- b. Pipet 50 mL dan tempatkan dalam gelas piala 150 mL, tambah indikator kalium kromat;
- c. Titrasi dengan larutan standar  $\text{AgNO}_3$  sampai muncul warna merah yang tetap.

### 6.5.5 Perhitungan

$$\text{Klorida (Cl), \%} = \frac{V \times fp \times N \times 35,5 \times 100}{m_0}$$

#### Keterangan:

- V adalah volume larutan perak nitrat, mL  
 fp adalah faktor pengenceran  
 N adalah normalitas larutan perak nitrat, N  
 $m_0$  adalah berat contoh, mg  
 35,5 adalah berat atom Cl

## 6.6 Kadar air ( $\text{H}_2\text{O}$ )

### 6.6.1 Prinsip

Kadar air ditetapkan secara gravimetri dengan memanaskan contoh uji pada  $(130 \pm 1) ^\circ\text{C}$

### 6.6.2 Peralatan

- a. Neraca analitik;
- b. Botol timbang;
- c. Desikator;
- d. Oven.



### 6.6.3 Cara kerja

- Timbang teliti 2 g contoh halus dari penyiapan contoh uji sesuai 6.1 ke dalam botol timbang kering yang beratnya telah diketahui;
- Panaskan dalam oven pada suhu  $(130 \pm 1) ^\circ\text{C}$  sampai berat tetap (sekitar 1 jam);
- Dinginkan dalam desikator dan timbang hingga berat tetap.

### 6.6.4 Perhitungan

$$\text{Kadar air (H}_2\text{O), \%} = \frac{(m_0 - m_1) \times 100}{m_0}$$

#### Keterangan:

$m_0$  adalah berat contoh, g

$m_1$  adalah berat contoh setelah dipanaskan, g

## 6.7 Timbal (Pb)

### 6.7.1 Prinsip

Analisis timbal dengan SSA berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

### 6.7.2 Peralatan

- SSA;
- Lampu katoda cekung untuk Pb;
- Labu takar 100 mL, 500 mL, 1 000 mL;
- Pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 25,0 mL;
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran gelas piala 125 mL yang digunakan;
- Gelas piala 125 mL;
- Pemanas listrik;
- Neraca analitik.

### 6.7.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Pb 1 000 mg/kg;
- Air suling bebas Pb;
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1,18;
- Asam nitrat  $\text{HNO}_3$  pekat, sp. gr 1,38;
- Asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ) pekat, sp.gr 1,55.



#### 6.7.4 Cara kerja

##### 6.7.4.1 Persiapan contoh uji

- Timbang contoh (1 – 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai;
- Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit di atas pemanas;
- Buka kaca arloji penutup, evaporasi larutan hingga kering di atas pemanas *water bath*;
- Tambah sejumlah kecil asam klorida (HCl), ulangi evaporasi hingga kering dan biarkan dingin;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5); panaskan hingga larut semua dan dinginkan; Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan SSA.

##### 6.7.4.2 Pembuatan larutan kerja logam

- A. Larutan standar baku Pb 100 mg/kg
- Pipet 10 mL larutan induk timbal 1 000 mg/kg ke dalam labu 100 mL;
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1N).
- B. Larutan standar baku Pb 10 mg/kg
- Pipet 10 mL larutan induk timbal 100 mg/kg ke dalam labu 100 mL;
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1N).
- C. Larutan Standar kerja Pb 0,0 mg/kg; 0,4 mg/kg; 0,8 mg/kg; 1,2 mg/kg; 1,6 mg/kg; 2,0 mg/kg
- Pipet sesuai kebutuhan pembuatan larutan standar kerja di atas dari larutan 10 mg/kg ke dalam labu takar 50 mL;
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1N).

##### 6.7.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- Posisikan peralatan pada angka 0 (nol) dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan sampel;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,997\ 5$ )
- Hitung kadar Pb dalam contoh.



### 6.7.5 Perhitungan

$$\text{Timbal (Pb), mg/kg} = \frac{C \times fp \times V}{m_o \times 1\,000}$$

**Keterangan:**

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran, mg/L  
 fp adalah faktor pengenceran  
 V adalah volume labu takar yang digunakan, mL  
 m<sub>o</sub> adalah berat contoh, g

## 6.8 Arsen (As)

### 6.8.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan asam arsen. Larutan As<sup>5+</sup> direduksi dengan KI menjadi As<sup>3+</sup> dan direaksikan dengan NaBH<sub>4</sub> atau SnCl<sub>2</sub> sehingga terbentuk AsH<sub>3</sub> yang kemudian dibaca dengan serapan atom uap panas pada panjang gelombang 193,7 nm.

### 6.8.2 Peralatan

- SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau arsen *vapour* unit;
- Lampu katoda cekung untuk As;
- Pipet volumetrik: 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 2,5 mL, 5 mL, dan 10 mL;
- Labu takar 50 mL, 100 mL, 1 000 mL;
- Neraca analitik;
- Gelas piala 125 mL;
- Pemanas listrik;
- Pipet skala 5 mL, 10 mL, 20 mL.

### 6.8.3 Pereaksi

- Pelarut reduktor;
- 0,6 % NaBH<sub>4</sub> dalam 0,5 % NaOH: larutkan 3 g NaBH<sub>4</sub> dan 2,5 g NaOH dalam 500 mL air suling, atau
- SnCl<sub>2</sub> 10 % : timbang 50 g SnCl<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O ke dalam piala gelas 200 mL tambah 100 mL HCl 37 %, setelah larut pindahkan ke dalam labu takar 500 mL, lalu ditambahkan dengan air suling sampai volume 500 mL;
- Larutan HCl 8 M;
- Kalium Iodida 20% : timbang 20 g KI ke dalam labu takar 100 mL, dan tambahkan dengan air suling (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan);
- Asam klorida (HCl) pekat;
- Asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) pekat;
- Asam perklorat (HClO<sub>4</sub>) pekat.



## 6.8.4 Cara kerja

### 6.8.4.1 Persiapan contoh uji

- Timbang contoh (1 - 5) g contoh halus dari penyiapan contoh uji sesuai 6.1 ke dalam gelas piala 125 mL (direkomendasikan porselin);
- Basahi dengan sedikit  $H_2O$ ;
- Tambah 2 mL  $H_2SO_4$ , lebih kurang 5 mL (asam nitrat)  $HNO_3$  dan 20 mL (asam perklorat)  $HClO_4$ ;
- Panaskan sampai timbul uap putih  $HClO_4$  hingga hampir kering (hati – hati);
- Biarkan dingin, tambah air suling hingga larut, tambah 0,4 mL larutan KI 20 %;
- Pindahkan ke dalam labu takar 100 mL sambil bilas;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau arsen *vapour* unit.

### 6.8.4.2 Pembuatan larutan kerja arsen

- A. Larutan standar baku As 1 000  $\mu g/kg$
- Pipet 1 mL larutan induk arsen 1 000 mg/kg ke dalam labu 1 000 mL;
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $HNO_3$  1N).
- B. Larutan standar kerja As 0,0  $\mu g/kg$ ; 20  $\mu g/kg$ ; 40  $\mu g/kg$ ; 60  $\mu g/kg$ ; 80  $\mu g/kg$ ; 100  $\mu g/kg$
- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk arsen 1 000  $\mu g/kg$  ke dalam labu 100 mL;
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $HNO_3$  1N).

### 6.8.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- Siapkan peralatan SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau arsen *vapour* unit dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan peralatan;
- Posisikan peralatan pada angka nol dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan contoh uji;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,997\ 5$ )
- Hitung kadar As dalam contoh.

## 6.8.5 Perhitungan

$$\text{Arsen (As), mg/kg} = \frac{C \times fp \times V}{m_o \times 1\ 000}$$

**Keterangan:**

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran,  $\mu g/L$   
 fp adalah faktor pengenceran  
 V adalah volume labu takar yang digunakan, mL  
 $m_o$  adalah berat contoh, g  
 1 000 adalah faktor konversi dari  $\mu g/L$  menjadi mg/L



## 6.9 Kadmium (Cd)

### 6.9.1 Prinsip

Analisis kadmium dengan SSA berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 228,8 nm.

### 6.9.2 Peralatan

- SSA;
- Lampu katoda cekung untuk Cd;
- Labu takar 100 mL, 500 mL, 1 000 mL;
- Pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 25,0 mL;
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran volume gelas piala yang digunakan;
- Gelas piala 125 mL;
- Pemanas listrik;
- Neraca analitik.

### 6.9.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Cd 1 000 mg/kg;
- Air suling bebas Cd;
- Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat, sp.gr 1,38
- Asam klorida ( $\text{HCl}$ ) pekat, sp.gr 1,18;
- Asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ) pekat, sp.gr 1,55.

### 6.9.4 Cara kerja

#### 6.9.4.1 Persiapan contoh uji

- Timbang contoh (2 - 5) g contoh ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah 30 mL asam klorida ( $\text{HCl}$ ) pekat dan 10 mL asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit; Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL  $\text{HCl}$  (1+5), panaskan hingga larut semua;
- Pindahkan ke dalam labu takar 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

#### 6.9.4.2 Pembuatan larutan kerja kadmium

- A. Larutan standar baku Cd 100 mg/kg
- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 1 000 mg/kg ke dalam labu takar 100 mL;
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$ , 1N).



- B. Larutan standar baku Cd 10 mg/kg
  - Pipet 10 mL larutan induk kadmium 100 mg/kg ke dalam labu takar 100 mL;
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$ , 1N).
- C. Larutan standar kerja Cd 0,0 mg/kg; 0,4 mg/kg; 0,8 mg/kg; 1,2 mg/kg; 1,6 mg/kg dan 2,0 mg/kg.
  - Pipet (atau menggunakan buret mikro 5 mL) sesuai kebutuhan pembuatan larutan standar kerja di atas dari larutan 10 mg/kg ke dalam labu takar 100 mL;
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1 N)

#### 6.9.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- Posisikan peralatan pada angka nol dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan contoh uji;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,997\ 5$ )
- Hitung kadar Cd dalam contoh.

#### 6.9.5 Perhitungan

$$\text{Kadmium (Cd), mg/kg} = \frac{C \times fp \times V}{m_o \times 1\ 000}$$

##### Keterangan:

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran,  $\mu\text{g/L}$
- fp adalah faktor pengenceran
- V adalah volume labu takar yang digunakan, mL
- $m_o$  adalah berat contoh, g
- 1 000 adalah faktor konversi dari  $\mu\text{g/L}$  menjadi mg/L

### 6.10 Merkuri (Hg)

#### 6.10.1 Prinsip

Merkuri dioksidasi menjadi ion merkuri, kemudian direduksi menjadi logam merkuri, dilanjutkan dengan analisa serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm

#### 6.10.2 Peralatan

- SSA yang dilengkapi peralatan VGA (*Vapor Generation Accessory*) atau *mercury vapour unit*;
- Lampu katoda cekung untuk Hg;
- Peralatan untuk refluks;
- Pemanas listrik;
- Neraca analitik;
- Pipet volumetrik 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 2,5 mL, 5 mL, dan 10 mL;
- Labu takar 50 mL, 100 mL, 1 000 mL.



### 6.10.3 Pereaksi

- Larutan standar Hg 1 000 mg/kg dan 1 000 µg/kg;
- Air suling bebas Hg;
- Asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat;
- Asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) pekat;
- Larutan kalium permanganat (KMnO<sub>4</sub>) 0,5 %;
- Larutan natrium klorida hidroksilamin sulfat : larutkan 120 g natrium klorida (NaCl) dan 120 g hidroksilamin sulfat (NH<sub>3</sub>OH)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dalam 1 Liter air suling.

### 6.10.4 Cara kerja

#### 6.10.4.1 Persiapan contoh uji

- Timbang teliti sebanyak (2 – 5) g contoh ke dalam labu destruksi tertutup asah yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks, bila perlu basahi contoh dengan ± 5 mL air suling dan tambahkan beberapa batu didih;
- Tambah (10-20)mL HNO<sub>3</sub> (asam nitrat) pekat dan 10 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (asam sulfat) pekat;
- Hubungkan dengan pendingin tegak, direkomendasikan untuk mendiamkan selama satu malam;
- Panaskan kurang lebih satu jam;
- Hentikan pemanasan ketika muncul asap putih, dinginkan, tambahkan 2 mL larutan KMnO<sub>4</sub> (dalam hal pupuk mengandung zat organik, tambahkan 1 g KMnO<sub>4</sub>) hingga warna stabil minimal 10 menit;
- Dinginkan, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil membilas refluks;
- Tambah tetes demi tetes larutan hidroksilamin hidroklorida hingga warna KMnO<sub>4</sub> tidak muncul lagi (tepat hilang)
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling bebas merkuri;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau *Mercury vapour unit*.

#### 6.10.4.2 Pembuatan larutan kerja merkuri

- Larutan standar baku Hg 1 000 µg/kg.
  - Pipet 1 mL larutan induk Hg 1 000 mg/kg ke dalam labu takar 1 000 mL.
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1 N).
- Larutan standar kerja Hg 0,0 µg/kg; 20 µg/kg, 40 µg/kg, 60 µg/kg, 80 µg/kg, 100 µg/kg.
  - Pipet sesuai kebutuhan larutan induk Hg 1 000 µg/kg ke dalam labu takar 100 mL
  - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1 N).

#### 6.10.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- Siapkan peralatan SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau *mercury vapour unit* dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan peralatan;



- Posisikan peralatan pada absorban 0 (nol) dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan sampel;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,997\ 5$ )
- Hitung kadar Hg dalam contoh.

#### 6.10.5 Perhitungan

$$\text{Merkuri (Hg), mg/kg} = \frac{C \times f_p \times V}{m_o \times 1\ 000}$$

**Keterangan:**

C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran,  $\mu\text{g/L}$   
fp adalah faktor pengenceran  
V adalah volume labu takar yang digunakan, mL  
m<sub>o</sub> adalah berat contoh, g  
1 000 adalah faktor konversi dari  $\mu\text{g/L}$  menjadi mg/L

### 7 Syarat lulus uji

Pupuk kalium sulfat dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan mutu pada pasal 4.

### 8 Pengemasan

Pupuk kalium sulfat dikemas dalam karung anyaman polipropilen (PP), dengan lapisan dalam polietilen (PE) transparan. Pengemasan harus mempertimbangkan keamanan dan keselamatan selama pengangkutan dan penyimpanan.

### 9 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan tanda penandaan yang mudah dibaca, berisikan sekurang-kurangnya :

- Nama produk/merek dagang;
- Kadar hara kalium oksida ( $\text{K}_2\text{O}$ );
- Kadar hara belerang (S);
- Isi dan berat bersih;
- Lambang/logo perusahaan;
- Nama dan alamat produsen atau importir;
- Tulisan "Jangan digancu".



## Bibliografi

*Peraturan Menteri Pertanian Nomor 43/Permentan/SR.140/8/2011 tentang Syarat dan Tata Cara Pendaftaran Pupuk An-Organik*

*BS EN 15477:2009 Fertilizers – Determination of the water-soluble potassium content*

*Official Methods of Analysis of AOAC International, 18<sup>th</sup> edition, Volume 1, 2005. Chapter 2 – Fertilizers.*

*ISO 2993:1974 Ammonium sulphate for industrial use – Determination of free acidity – Titrimetric method*

